DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

FACULTÉ DES SCIENCES APPLIQUÉES

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

Sherbrooke / Québec / Canada

90-03962/

CARACTÉRISTIQUES D'UN REVÊTEMENT AMORPHE (FE-CR-P-C) FABRIQUÉ PAR PROJECTION AUX PLASMAS THERMIQUES

Rapport Final
par:

Clermont Roy et Nacer Bacha
Département de Génie Mécanique
Université de Sherbrooke

Le travail sur ce projet à été conduit sous la direction
du Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie,
Énergie, Mines et Ressources Canada

Numéro du Dossier MAS:	64SS.23440-7-9053
Numéro de Série MAS:	23440-7-9053/01-SS
CANMET Numéro de Projet:	70540404
CANMET Délégué Scientifique:	Dr. L. Collins

44 pp

MICROMEDIA

TABLE DES MATIÈRES

	Page
SOMMAIRE	1
1. INTRODUCTION	2
2. MÉTHODOLOGIE	3
2.1 Matériaux	3
2.2 Étude de la fusion des particules	3
2.3 Détermination de la qualité des revêtements	4
2.4 Mesure de l'adhésion au substrat d'acier	4
2.5 Essai de corrosion	4
2.6 Essai d'usure par érosion	4
2.7 Traitements de surface au laser	5
3. RÉSULTATS ET DISCUSSION	5
3.1 Choix des paramètres de projection	5
3.2 Caractérisation des revêtements	7
3.3 Corrosion	10
3.4 Usure érosive	11
3.5 Traitement au laser	12
3.6 Post-traitement de la poudre	12
4. CONCLUSION	13
5. REMERCIEMENTS	14
6. BIBLIOGRAPHIE	14
TABLEAUX	15
FIGURES	23

SOMMAIRE

Un alliage de base de fer (Fe-Cr-P-C) susceptible de présenter une structure amorphe à la suite de la solidification rapide a été obtenu sous forme de poudre pour la fabrication, par projection aux plasmas thermiques, de revêtements résistant à l'usure et à la corrosion. Ce travail porte sur les procédures de mise en oeuvre, avec cet alliage, d'un revêtement amorphe de bonne qualité et sur son évaluation de la résistance à l'usure érosive et à la corrosion dans trois états structuraux différents: amorphe, semi-cristallin et cristallin. À l'état amorphe, la résistance à la corrosion du revêtement immergé dans des acides chauds (1N HCl ou 1N H_2SO_4) est optimale et supérieure à celle de l'acier inoxydable (316-L). Par contre, la résistance à l'usure du revêtement est grandement améliorée par, à la fois, un traitement thermique de précipitation et par le polissage de la surface de projection. On conclut d'une part que la technologie des plasmas offre une voie économique et efficace de fabriquer des revêtements amorphes sur n'importe lequel substrat ou géométrie de pièces et d'autre part l'alliage métallique amorphe utilisé présente des caractéristiques attrayantes comme revêtement protecteur.

SUMMARY

Plasma deposition has been examined as a means of applying amorphous iron-based (Fe-Cr-P-C) coatings for applications requiring wear or corrosion resistance. Procedures were developed to apply well-bonded amorphous coatings. Coatings in three different microstructural states, (amorphous, semi-crystalline and fully-crystalline) were evaluated in wear and corrosion tests. In hot acid corrosion tests (1N HCl or 1N H_2SO_4), the amorphous coating gave the best results, and its performance was superior to that of 316L stainless steel. In contrast, the wear resistance of the coatings was greatly improved by heat treatment and by polishing the surface of the specimens. It was concluded that plasma technology offers an economic and effective means of depositing amorphous coatings on substrates or complex parts. As well, it was found that the Fe-Cr-P-B alloy exhibited attractive properties as a protective coating material.

1. INTRODUCTION

Le frottement, l'usure et la corrosion sont des phénomènes physiques responsables pour une part importante de la consommation de ressources en énergie et en matières premières. Ils entraînent des frais considérables à tous les secteurs de l'économie: mines, agriculture, transport, etc. Une récente étude publiée par le CNRC "Strategy for Tribology in Canada" [1], rapporte que l'économie canadienne perd plus de 5 milliards de dollars annuellement à cause du frottement et de l'usure. Il est ainsi estimé qu'une économie d'environ 1.3 millards de dollars de cette perte pourraient être réalisée annuellement par l'application des connaissances tribologiques existantes et à travers la recherche et le développement.

La projection par plasmas chauds est de nos jours une technologie bien établie. Elle permet de modifier les propriétés en surface des matériaux sans altérer les propriétés du substrat. Bien que son utilisation pour le dépôt de revêtements résistant à l'usure et à la corrosion s'est largement répandue, il demeure que, très peu d'études portant sur le comportement tribologique et la résistance à la corrosion des alliages métalliques amorphes ont été publiées. Ce manque d'attention peut être attribué à la disponibilité des métaux amorphes qui est limité à la forme de rubans ou de feuilles minces, ce qui présente peu d'intérêt pratique. En conséquence le développement de techniques qui permettront l'application de revêtements métalliques amorphes uniformes sur des pièces mécaniques de géométrie quelconque serait un grand atout industriel.

En réponse à ce besoin, un programme de recherche a été initié à l'Université de Sherbrooke qui s'adresse à:

- la technologie de mise en oeuvre de revêtements amorphes par la projection aux plasmas chauds;

- la performance des revêtements dans trois états structuraux différents (amorphe, semi-cristallin et cristallin) sous des conditions d'usure et de corrosion dans des acides chauds.

Ce rapport décrit d'abord les procédures expérimentales qui ont conduit à la fabrication de revêtements de bonne qualité du point de vue de la structure, l'adhérence au substrat et du faible niveau de porosité; ensuite on comparera la résistance à l'usure et à la corrosion des revêtements dans les trois états structuraux.

2. MÉTHODOLOGIE

2.1 Matériaux

La poudre "AMDRY-Spécial" dont la composition est donnée au tableau I, a été utilisée pour fabriquer les revêtements sur des substrats d'acier doux. L'observation au microscope à balayage a montré que les particules de cette poudre est de forme sphérique. L'examen par diffraction aux rayons-X a confirmé que la poudre telle que reçue est cristalline.

2.2 Étude de la fusion des particules

Une vue schématique de l'équipement utilisé pour la projection aux plasmas chauds est illustrée à la figure 1. L'unité de contrôle permet de stabiliser le courant et la tension afin de maintenir la puissance constante durant la projection. L'alimentation de la poudre est contrôlée par un micro-ordinateur qui contrôle le débit d'alimentation. Tous les dépôts sont effectués sous atmosphère d'argon.

L'étude de la fusion des particules est réalisée selon la méthode suivante: après le passage de la poudre dans le chalumeau à plasma, celle-ci est recueillie dans un bac d'eau situé en-dessous de la torche. Un échantillon représentatif est alors pris. Le pourcentage de particules fondues est déterminé par une observation microscopique suivi d'une analyse de photos utilisant un compteur de particules Zeiss.

2.3 Détermination de la qualité des revêtements

Une mesure relative de la qualité des revêtements a été obtenue en déterminant la microdureté, la densité et le niveau de porosité (ouverte et fermée). La réponse des revêtements amorphes au vieillissement à différentes températures a été évaluée en suivant l'évolution de la structure métallurgique des dépôts au moyen de la microscopie optique et électronique (SEM) muni d'une microsonde "EDS".

2.4 Mesures de l'adhésion au substrat d'acier

La mesure de l'adhérence des revêtements s'est effectuée selon la norme ASTM C633-79. Pour ce type d'essai, tous les revêtements présentaient une épaisseur d'au moins 350 µm. Le microscope à balayage fut utilisé pour caractériser le mode de la rupture après les essais. La figure 2 illustre schématiquement les différents types de rupture intervenant dans un essai d'adhésion. La contrainte à la rupture est le rapport de la charge de rupture à l'aire du revêtement appliquée sur l'échantillon.

2.5 Essais de corrosion

La résistance à la corrosion des revêtements est basée sur la perte de poids suite à une immersion des éprouvettes en milieu acide chaud durant 24 heures. Les bacs de solutions de 1N HCl et 1N H_2SO_4 sont maintenues à l'air libre à des températures de 34°C ou 55°C. Des coupons en acier inoxydable 316-L sont aussi testés dans les mêmes solutions pour fin de comparaison avec les revêtements projetés par plasma. La préparation, le nettoyage et l'évaluation de la résistance à la corrosion ont été effectués selon la norme ASTM G1-81.

2.6 Essais d'usure par érosion

Les essais d'érosion ont été réalisés au laboratoire de tribologie de l'Institut de Génie des Matériaux (IMRI/NRC). La figure 3 montre schématiquement le montage

d'essai. La bouillie composée d'eau et de sable de quartz (SiO_2) d'Ottawa (AFS 50/70) est accélérée vers l'échantillon à l'aide d'une pompe à diaphragme et passe à travers un débitmètre magnétique qui mesure la vitesse du jet. Le jet est projeté sur la surface de l'échantillon dont l'orientation par rapport au jet peur varier de 0° à 90°. Une horloge électrique contrôle la durée de l'essai choisie préalablement. Les échantillons sont lavés à l'eau savonneuse et nettoyés à l'acétone avant d'être pesés à l'aide d'une balance de précision 0.1 mg. Le taux d'usure est obtenu à partir de la perte de poids des revêtements sur le temps d'essai converti en heure.

2.7 Traitements de surface au laser

Les revêtements amorphes ont été traités superficiellement par génération de passes successives à l'aide d'un laser CO_2 continu d'une puissance de 2.3 KW. Les vitesses de balayage pouvaient être variées de 190 à 250 cm/min et la distance de travail séparant la buse du laser à la surface du revêtement était de 1.2 cm.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 Choix des paramètres de projection

3.1.1 Géométrie des particules

La figure 4 représente deux photos "SEM" montrant la forme des particules de poudre telle que reçue. En plus d'une grande distribution de la taille des particules, on notait fréquemment la présence de languettes métalliques d'environ 200 µm de long et 20 à 30 µm de large. La composition des différents constituants de la poudre déterminée au moyen du système "EDS" du microscope à balayage est essentiellement la même telle qu'illustrée au tableau 2.

3.1.2 La fusion des particules dans la flamme plasmagène

Le degré de fusion des particules a été évalué en fonction de la puissance du chalumeau, du débit du gaz plasmagène, du débit du gaz porteur et du débit massique des particules. Ces différents paramètres opératoires furent explorés pour chacun des mélanges de gaz plasmagènes choisis. Trois types de gaz furent considérés dans cette étude: l'argon et un mélange d'argon et d'azote ou d'hélium. Lors des premières expériences, on a pu constater qu'une réaction nuisible à la qualité du revêtement se produisait avec le gaz plasmagène Ar - N_2 (6 à 22%). Le revêtement était irrégulier, très poreux et extrêmement fragile. La figure 5 montre l'aspect extérieur d'un revêtement produit sous ces conditions. En conséquence, l'azote a été éliminé et l'argon fut employé comme gaz plasmagène. Le pourcentage des particules fondues en fonction du débit du gaz d'argon injecté est montré au tableau 3. On voit que le meilleur résultat, soit 64.2% de particules fondues, se situe à un débit d'Ar de 40 ℓ/min, ce qui est encore insuffisant. L'hélium, gaz totalement inerte et très sécuritaire fut employé comme gaz de mélange à l'argon dans les expériences suivantes. Les résultats obtenus ont dénoté une nette amélioration dans l'efficacité de déposition, cependant des particules non fondues se retrouvaient sur la périphérie des revêtements. Une distribution granulométrique de la poudre non favorable, la présence des languettes dans la poudre et le mode d'injection furent associés à la faible efficacité de déposition. Deux précautions furent alors entreprises:

a) améliorer la granulométrie de la poudre telle que reçue;

b) corriger la position du chalumeau par rapport à celle du substrat.

Deux lots de poudre ont été préparés: le premier comporte une poudre dont le diamètre des particules est inférieur à 75 µm et le second une poudre dont le diamètre des particules est inférieur à 53 µm. La distribution granulométrique de ce dernier lot est montré à la figure 6 et est comparée à celle de la poudre telle que reçue. Les résultats de déposition rassemblés au tableau 4 montrent que la proportion de parti-

cules fondues passent à 93.26% avec le premier lot, et atteint 98.59% avec le second lot. Ces deux résultats sont obtenus après avoir corrigé la position de la torche par rapport au substrat tel qu'illustré schématiquement à la figure 7. La poudre dont la taille des particules est inférieure à 53 µm fut retenue pour la fabrication des revêtements destinés à la caractérisation des revêtements en alliage F_e-C_r-P-C. Les paramètres opératoires optimalisés sont rassemblés au tableau 5.

3.2 Caractérisation des revêtements

3.2.1 Microstructure

Le terme microstructure recouvre ici la densité, la porosité ouverte et fermée, l'aspect de la surface brute des couches projetées de même que l'aspect métallographique des revêtements avant et après traitement thermique.

a) Mesure de la densité et de la porosité

Lors de la projection au plasma, le dépôt est bâti par l'entassement des particules les unes sur et contre pour les autres. Selon la trajectoire de la particule et son degré de fusion, le revêtement sera plus ou moins poreux. Le phénomène d'éclaboussures généré lors de l'impact de la particule liquide, l'enchevêtrement des tentacules des flaques de particules solidifiées, l'adsorption des gaz, etc. affectent directement la porosité et la densité apparente du dépôt. Les tableaux 6 et 7 rassemblent les résultats obtenus respectivement pour la densité et la porosité. La densité théorique calculée à partir des pourcentages d'éléments présents dans l'alliage est égale à 7.15 kg/cm^3. Le niveau de la porosité totale d'environ 5.5% qui est observé est relativement faible et peut être relié à la distribution granulométrique serrée choisie préalablement (§ 3.1.2). La figure 8 montre la coupe transversale d'un revêtement amorphe fracturé. Cette photo révèle les caractéristiques d'un revêtement compact et de faible porosité.

ment compact et de faible porosité. Le patron de veines qui caractérise les verres métalliques est mise en évidence à la figure 8b.

b) Transformations microstructurales et dureté

L'action de trempe du jet d'hélium sur les particules liquides projetées sur la surface du dépôt entraîne la formation d'une structure amorphe. La figure 9 illustre le patron de diffraction aux rayons-X typique d'un revêtement amorphe. Cependant des lames minces de ce revêtement observées dans un microscope électronique en transmission ("TEM") révèlent la présence de quelques cristallites d'environ 100 nm telles qu'illustrées à la figure 10. Cette anomalie peut être associée à la présence de particules partiellement fondues se trouvant surtout à la périphérie du jet plasma. Néanmoins, la technologie de déposition par plasma permet d'obtenir des revêtements qui sont substantiellement amorphes par un moyen simple de solidification rapide. Le niveau de désordre introduit dans la structure est comparable à celui obtenu par d'autres procédés commerciaux tels que la coulée continue (melt spinning) [2] ou la pulvérisation cathodique (sputtering) [3].

La mesure de la microdureté (Vickers) est une méthode indirecte mais commode pour évaluer la résistance mécanique intrinsèque d'un matériau. Le tableau 8 regroupe les résultats de la microdureté (DPH 200) des revêtements amorphes recuits de 0°C à 800°C pour différents temps de vieillissement. L'augmentation de la température du traitement thermique provoque deux phénomènes:

a) l'apparition et l'évolution de phases métastables complexes dans la structure qui explique les grands écarts de la dureté (déviation standard importante).

b) la perte de ductilité partielle ou totale qui est notée même à des températures relativement basses du revenu (e.g. 200°C après 4 heures de maintien) bien qu'aucune

trace de cristallisation de la structure amorphe soit détectée au moyen de la diffraction aux rayons-X. La fragilisation peut être corrélée avec l'apparition des phases métastables ou à la ségrégation d'éléments constituants de l'alliage amorphe [4,5].

Les photos de la figure 11 sont un exemple de phase métastable observée sur un revêtement amorphe recuit à 800°C durant 15 min. Le spectre "EDS" qui donne qualitativement la composition de cette structure est montré à la figure 12. On voit que la proportion de chrome dans la phase métastable (fig. 12b) semble beaucoup plus importante que celle de la matrice (fig. 12a).

3.2.2 L'adhésion des revêtements

Le tableau 9 regroupe les résultats des essais d'adhésion réalisés avec les revêtements amorphes et cristallins. La contrainte d'arrachement du dépôt du substrat augmente respectivement dans l'ordre croissant de l'état amorphe, cristallin et cristallisé en phase métastable. La valeur plus faible de l'adhésion du revêtement amorphe peut être expliquée par la nature de l'interaction dépôt-substrat. En effet la solidification rapide du dépôt ne permet d'établir qu'une adhérence essentiellement par un accrochage mécanique du revêtement au substrat d'autant plus que des contraintes résiduelles assez importantes peuvent être présentes à l'interface. Après un revenu d'une heure à 500°C, la contrainte à la rupture des revêtements amorphes augmente sensiblement. Cette amélioration est corrélée avec le lien métallurgique établi par diffusion à l'interface revêtement-substrat telle qu'illustrée à la figure 13 qui montre une rupture partiellement de type cohésive. Les photos à la figure 14 montrent les coupes transversales des revêtements amorphes, cristallin et cristallisé en phase métastable respectivement. Pour les deux derniers, la zone d'interdiffusion est mise en évidence par l'analyse "EDS" du "SEM". Les spectres reproduits aux figures 15 et 16 révèlent clairement la migration d'éléments d'alliage du revêtement dans le substrat d'acier.

La méthode d'essai ASTM C633-79, largement répandue dans les laboratoires de recherche procure une excellente indication de la résistance adhésive d'un revêtement projeté par plasma. Cependant nous avons observé que l'emploi des tiges cylindriques de 2.5 cm de diamètre sur 2.5 cm de hauteur servant de support aux revêtements d'épaisseur minimale (~ 350 µm) engendre des contraintes résiduelles importantes lorsque les dépôts sont solidifiés rapidement. Nous trouvons alors que les revêtements ayant des épaisseurs inférieurs à 200 µm possèdent une contrainte à la rupture d'adhésion sensiblement plus élevée.

3.3 Corrosion

Les tableaux 10, 11, 12 et 13 regroupent les résultats des essais de corrosion obtenus dans des solutions acides normales d'HCl et H_2SO_4 portées à des températures de 34°C ou 55°C. Les résultats démontrent que les revêtements amorphes possèdent une résistance à la corrosion supérieure à celle des aciers inoxydables 316-L. Ces observations peuvent être expliquées en partie par l'absence de joints de grains dans les métaux amorphes, ou de phase secondaire dans leur structure. Cependant, comme il a été discuté précédemment la présence d'infimes zones microcristallines conduit à une hétérogénéité locale de la composition chimique ou du film passif qui génèrent des sites préférentiels pour une attaque par piqûres [6]. Les photos des figures 17 et 18 montrent l'aspect de la surface d'un revêtement amorphe avant et après l'essai de corrosion 1N HCl à la température de 34°C.

La figure 19 montre l'aspect de la surface du revêtement amorphe recristallisé après immersion dans une solution de 1N HCl à 55°C. La dégradation observée apparaît reliée à la précipitation de phases secondaires puisque le traitement thermique de vieillissement réduit drastiquement la résistance à la corrosion de l'alliage.

Une autre source de défaillance des revêtements déposés par plasma se situe au niveau des bordures des flaques de particules solidifiées. Celles-ci créent un mauvais

contact avec les particules adjacentes et semblent empêcher la formation d'un film passif complètement uniforme. La mise au point de paramètres de projection permettant une fusion complète des particules et contribuant à la réduction de la porosité dans les revêtements semble être prérequise pour améliorer la performance des revêtements projetés par la technologie des plasmas.

3.4 Usure érosive

Généralement lorsque de petites particules frappent avec une vitesse assez grande la surface d'un substrat revêtu par un dépôt faiblement adhérent, celui-ci se détache. Les essais d'érosion avec boues abrasives permettent donc de caractériser la résistance du matériau sous l'impact de particules abrasives et à évaluer qualitativement l'adhérence d'un dépôt à son substrat. La figure 20 permet de comparer le taux d'érosion des revêtements amorphes et l'acier 1020 en fonction de l'angle d'incidence du jet des particules abrasives. Il apparaît que la performance du dépôt rectifié à 1 µm CLA est sensiblement supérieure à celle de l'acier 1020. Avant rectification, la surface du revêtement présente des cavités plus importantes et en conséquence un taux d'usure plus élevé est mesuré.

La figure 21 représente le taux d'usure d'un dépôt amorphe tel que déposé par plasma en fonction de la concentration du sable dans de l'eau. Il apparaît qu'un accroissement du nombre de particules abrasives frappant la cible résulte en une augmentation du taux d'usure. La déformation plastique et le labourage sont les mécanismes dominants tels qu'illustrés à la figure 22.

La figure 23 représente le taux d'usure en fonction de la vitesse d'impact du jet. Le taux d'usure croît exponentiellement avec la vitesse d'impact suivant l'expression:

$W \sim V^n$

où n est la pente de la droite égale à n = 3.8.

3.5 Traitement au laser

Le but de cette étude est d'explorer le potentiel du traitement de surface par laser afin de réduire ou d'éliminer les défauts en surface (porosité, ségrégation, etc.). Cette étude préliminaire fut conduite gracieusement par le Dr M. Ul Islam du CNRC (division de génie mécanique). Un laser de 2.3 kW pointé sur le revêtement amorphe à une distance de 1.2 cm produit une fusion locale du revêtement suivie d'une solidification rapide du film liquide par conduction avec le substrat. Les résultats du sillage au laser sont montrés à la figure 24. Le décollement du revêtement et la fissuration induite par le traitement semblent être associés à la fragilité du revêtement F_eC_rPC mais aussi aux paramètres opératoires du laser qui ont engendré une fusion en profondeur du revêtement (fig. 24b). Une fusion superficielle du revêtement nécessaire pour assurer la production d'un film mince de liquide exigera un meilleur contrôle des paramètres opératoires du faisceau laser et devra faire l'objet d'une étude plus approfondie.

3.6 Post traitement de la poudre

Tel que discuté précédemment au paragraphe 3.1.1, les poudres de l'alliage F_eC_rPC livrées par le fournisseur contenaient des languettes métalliques de sorte qu'environ 60% de ce lot ne pouvait être utilisé pour la projection au plasma. Dans une tentative de récupérer cette partie inutilisable, le traitement au broyeur à boulets de la poudre a été effectué aux laboratoires de l'Énergie, Mines et Ressources. L'aspect des particules après ce traitement est illustré à la figure 25. La majorité des particules présentent des formes angulaires et une variation de la taille très importantes. La qualité de cette poudre n'est pas plus acceptable pour la projection au plasma à cause de son mauvais écoulement dans le système d'alimentation.

4. CONCLUSIONS

La projection par plasmas chauds de revêtements de l'alliage F_eC_rPC a été entreprise pour évaluer l'adhésion, l'usure et la résistance à la corrosion des dépôts amorphes. La méthodologie utilisée nous a permis de dégager la tendance globale de l'effet de l'état structural de l'alliage sur les propriétés mécaniques et de corrosion des revêtements. Les conclusions principales de ces travaux sont:

1. L'adhésion des revêtements amorphes est essentiellement réalisée par accrochage mécanique. Elle peut être améliorée par l'utilisation d'une sous-couche d'accrochage, par exemple, un dépôt cristallin déposé au cours d'une même opération de projection d'un revêtement amorphe en supprimant au départ le refroidissement.
2. La résistance à la corrosion des revêtements amorphes par comparaison aux revêtements cristallisés est grandement améliorée. Cependant, l'existence ou l'apparition de régions microcristallines affectent le taux de dégradation du revêtement amorphe suite à la création d'hétérogénéités chimiques.
3. La résistance à l'usure érosive avec boues abrasives des revêtements amorphes est supérieure à celle de l'acier 1020. L'amélioration de la qualité de la surface du revêtement par polissage contribue substantiellement à la réduction du taux d'usure.
4. Un contrôle plus poussé des paramètres de projection par plasma contribuerait à améliorer globalement les propriétés mécaniques et physico-chimiques des revêtements amorphes. Des observations, aux frontières des particules projetées, avec le microscope électronique à balayage ont montré que le processus de solidification de gouttelettes devrait être mieux compris pour solutionner les problèmes d'hétérogénéités de structure et de porosité qui affectent particulièrement les joints de particules.

5. REMERCIEMENTS

Ces travaux ont été possibles grâce au support financier du Ministère Énergie, Mines et Ressources Canada. Les auteurs expriment leur gratitude au Dr J. Masounave et monsieur S. Turenne de l'IGM/CNRC pour leurs conseils précieux et leur collaboration lors des expériences d'usure. La collaboration du Dr Ul Islam (CNRC) pour le traitement de surface des revêtements au laser est vivement appréciée.

6. BIBLIOGRAPHIE

[1] National Research Council Canada Associate Committee on Tribology, "A Strategy for Tribology in Canada", NRCC Number 26556, Ottawa (1986).

[2] J.L. Walter; F. Bacon & F.E. Luborsky; Materials Science Engineering, Vol. 24, (1976), p. 239.

[3] R.G. Walmsky; Y.S. Lee; A.F. Marshall & D.A. Stevenson; Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 61 et 62, (1984), p. 625.

[4] Z. Qu et K.H. Kuo; Journal of Materials Science, Vol. 20, No. 6, (1985), p. 2023.

[5] H.G. Suzuki & K. Yamato; Materials Science Engineering, Vol. 33, (1978), p. 57.

[6] M.D. Archer; C.C. Corke & B. H. Hargi; Electrochimic Acta, Vol. 32, No. 1, (1987), p. 13.

Tableau 1: Composition chimique de la poudre AMDRY-Spécial

ELEMENT			
Cr	C	P	Fe
11.45%	1.42%	9.19%	Balance

Tableau 2: Analyse chimique des particules de la poudre FeCrPC telle que reçue.

Elements détectés	composition en poids atomique (%) #1	#2	#3	#4	#5	#6
P	16.0	17.23	17.60	16.24	16.46	17.19
Cr	15.63	14.60	15.11	15.51	15.63	15.40
Fe	68.36	68.17	67.29	68.24	67.91	67.41

Tableau 3: Pourcentage de particules fondues en fonction du débit gaz plasmagène d'argon.

Débit du gaz d'Ar (l/min)	22	30	40	60
Particules fondues (%)	35.6	53.7	64.2	48.2

Tableau 4: Poucentage de particules fondues en fonction de la granulométrie de la poudre.

granulométrie de la poudre	telle que reçue	<75 um	<53 um
Particules fondues (%)	81.5	93.26	98.59

Tableau 5: Paramètres opératoires de projection au plasma

Paramètres opératoires	Structure cristalline	Structure amorphe	Structure cristallisée
Débit du gaz plasmagène (l/min) (Ar+30%He)	28	28	28
Puissance (KW)	24	24	24
Alimentation en poudre (g/min)	20	20	20
Gaz porteur	Ar	Ar	Ar
Débit du gaz porteur (l/min)	4.9	4.9	4.9
Gaz de refroidissement	-	He	He
Débit du gaz de refroidissement (l/min)	-	15	15
Distance de projection (pouces)	5	5	5
Vitesse de rotation de l'échantillon (tr/min)	180	180	180

Traitement thermique

Temps de séjour au four	15 min	1h	4h	8h	24h	72h	192h	480h
Température (C)	200,400	200	200	200	200	200	200	200
	480,500	400	400	400	400	400		
	600,800							

Tableau 6: Mesure de la densité apparente des revêtements

Echantillon	A(i) (g)	A (i) (g)	G(i) (g)	Densité (g/cm3)
# 1	3.4338	3.1713	1.8146	6.894
# 2	3.4628	3.2106	1.7380	6.873
# 3	3.460	3.2180	1.6942	6.980
# 4	3.4552	3.2162	1.6524	6.897
# 5	3.4653	3.1933	1.9039	7.020
# 6	3.4607	3.2086	1.6512	6.530
# 7	3.4573	3.2269	1.6152	6.991
# 8	3.4350	3.1944	1.6342	6.776

Tableau 7:Porosité des revêtements

Porosité ouverte	4.732 + 2.074
Porosité fermée	0.856 + 0.205
Porosité totale	5.588 + 2.011

Tableau 8: Microdureté des revêtements amorphes et cristallins

Etat strutural du revêtement	Valeur moyenne HV(200g)	Déviation Standard
Amorphe	728.10	31.0
Cristallisé 480 C/15 min	950.25	39.37
Cristallisé 500 C/15min	998.36	80.70
Cristallisé 600 C/15min	1054.50	112.67
Cristallisé 800 C/15min	870.30	67.0
Cristallin	646.0	77.66

Tableau 9: Adhérence des revêtements à base de FeCrPC

Revêtement	Contrainte de rupture (psi)					moy (psi)	Type de rupture	
	#1	#2	#3	#4	#5		adhésif (%)	cohésif (%)
amorphe	1782	1718	1814	1273	1146	1771+40 *	92	8
amorphe cristallisé 500 C/1heure	3437	3183	3565	3374	3628	3437+155	60	40
cristallin	3055	2928	2896	2992	3183	3003+110	70	30

(*): La moyenne de la contrainte de rupture concerne les trois premières valeurs seulement.

Tableau 10: Taux de corrosion du verre métallique Fe-Cr-P-C et de l'acier inoxydable 316 dans une solution de 1N HCl à 34 C.

Echantillon	Matériau	Surface exposée (cm2)	Taux de Corrosion (mm/an)
# 1	acier inox	12.020	3.730
# 2	revêtement amorphe	5.045	1.837
# 3	revêtement amorphe cristallisé 500 C/15min	2.195	2.740

Tableau 11: Taux de corrosion du verre métallique Fe-Cr-P-C et de l'acier inoxydable 316 dans une solution de 1M H SO à 34 C.

Echantillon	Matériau	Surface exposée (cm2)	Taux de Corrosion (mm/an)
# 4	acier inox	12.335	0.040
# 5	revêtement amorphe	5.040	0.010
# 6	revêtement amorphe cristallisé 500 C/15min	4.448	0.478

Tableau 12: Taux de corrosion du verre métallique Fe-Cr-P-C et de l'acier inoxydable 316 dans une solution de 1N HCl à 55 C.

Echantillon	Matériau	Surface exposée (cm2)	Taux de Corrosion (mm/an)
# 7	acier inox	12.176	11.048
# 8	revêtement amorphe	5.099	2.634
# 9	revêtement amorphe cristallisé 500 C/15min	5.024	11.020

Tableau 13: Taux de corrosion du verre métallique Fe-Cr-P-C et de l'acier inoxydable 316 dans une solution de 1M H_2SO_4 à 55 C.

Echantillon	Matériau	Surface exposée (cm2)	Taux de Corrosion (mm/an)
# 10	acier inox	12.132	5.455
# 11	revêtement amorphe	11.377	0.366
# 12	revêtement amorphe cristallisé 500 C/15min	5.060	13.70

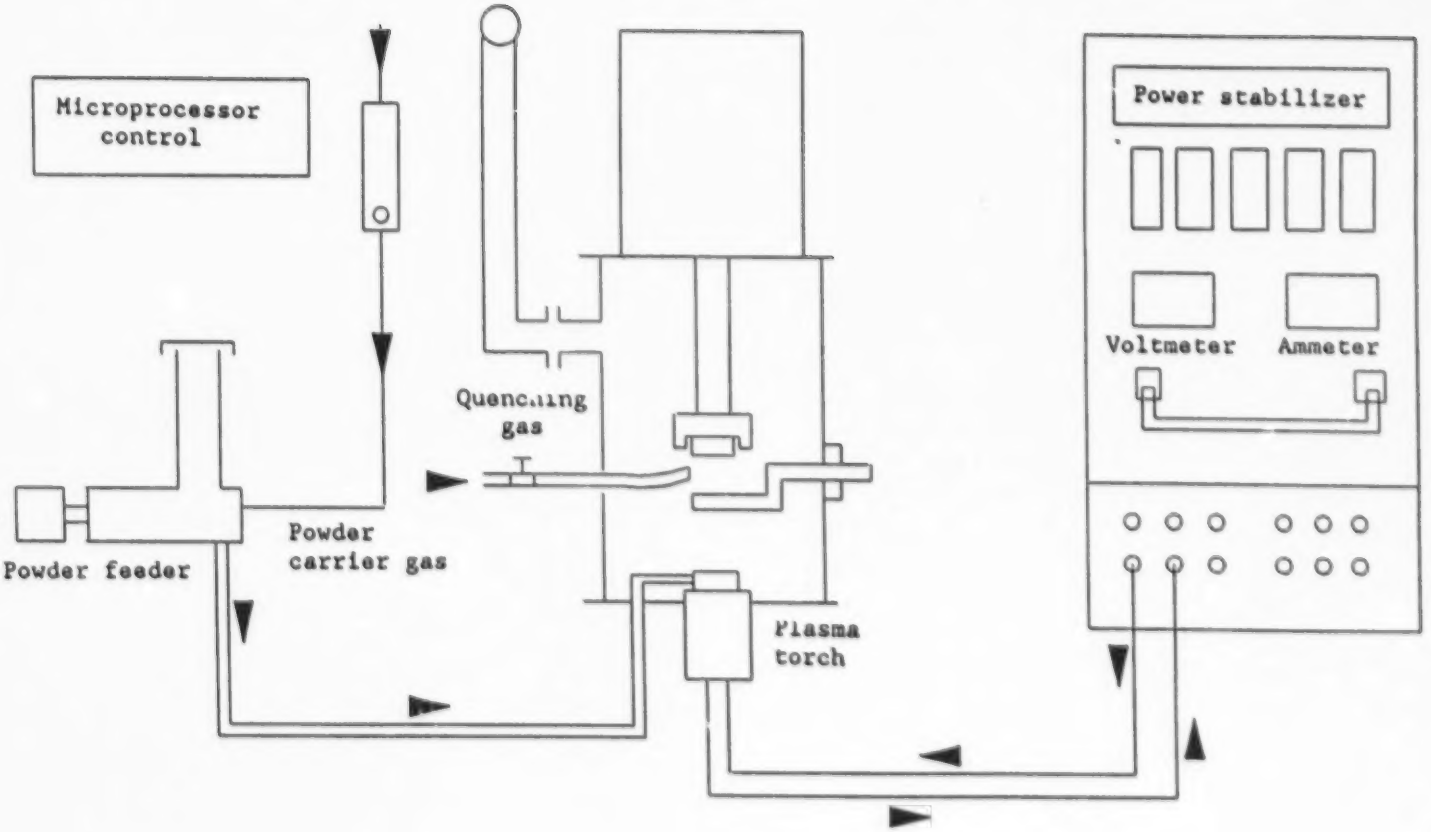
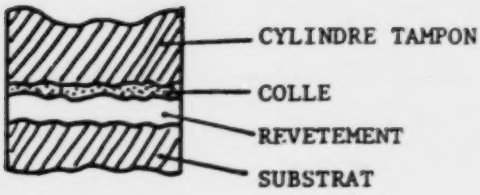
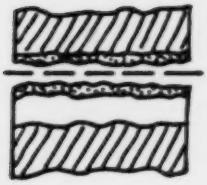


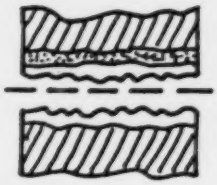
Figure 1: Schéma de l'appareillage pour la déposition des revêtements par plasma.



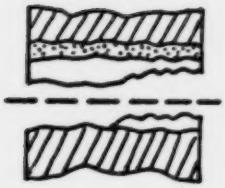
MONTAGE INITIAL



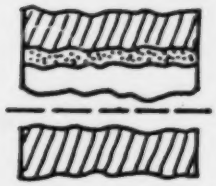
RUPTURE DE LA COLLE



RUPTURE COHESIVE



RUPTURE COHESIVE-ADHESIVE



RUPTURE ADHESIVE

Figure 2 : Modes possibles de rupture dans un revêtement sous l'essai de traction.

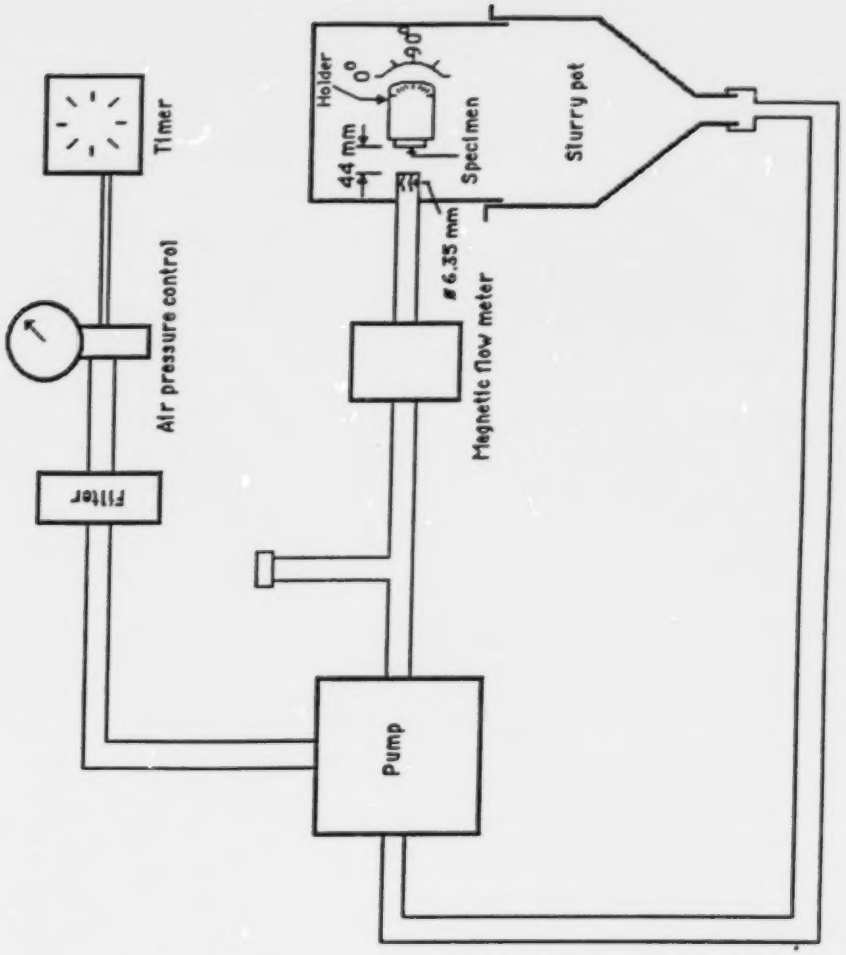
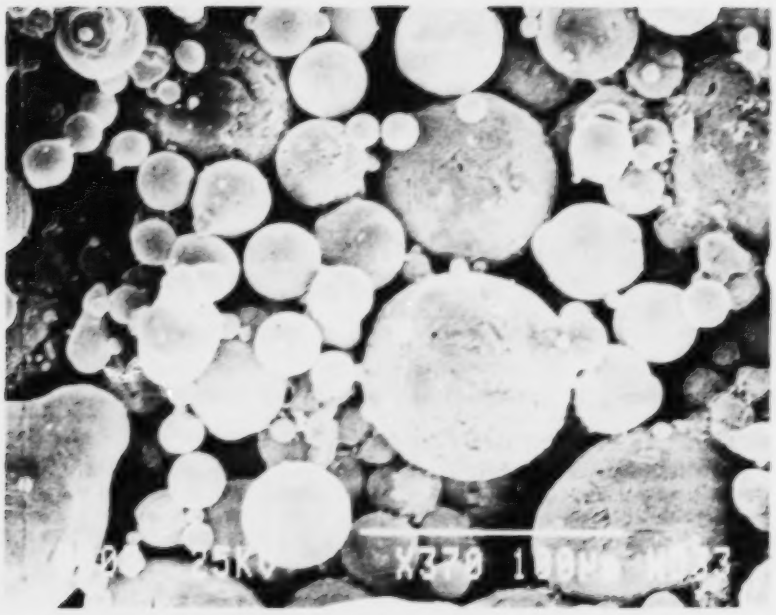
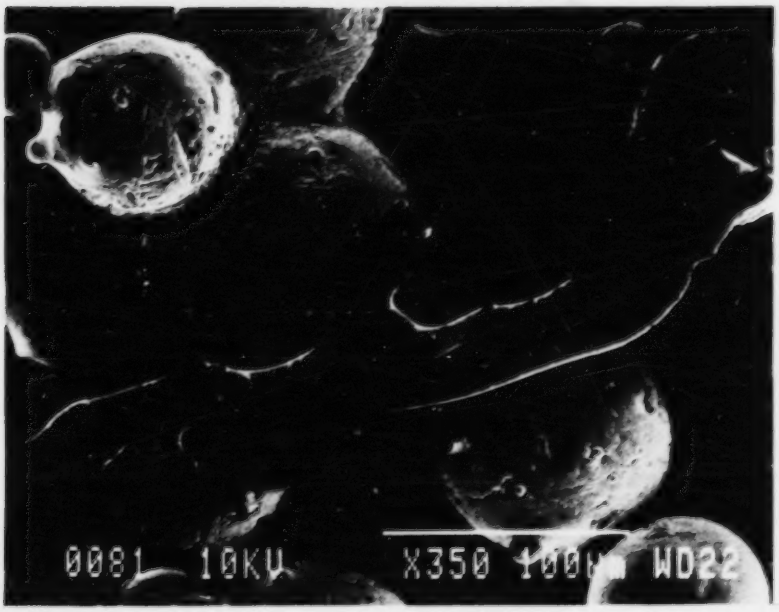


Figure 3: Système utilisé pour l'étude d'usure par érosion.



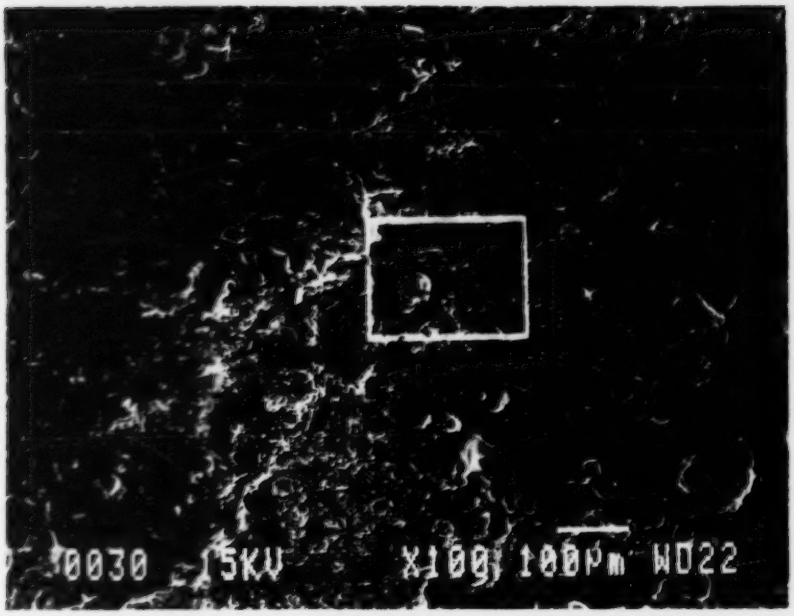
a)



b)

Figure 4: Particules de poudre telle que reçue

a) particules sphériques
b) languettes métalliques



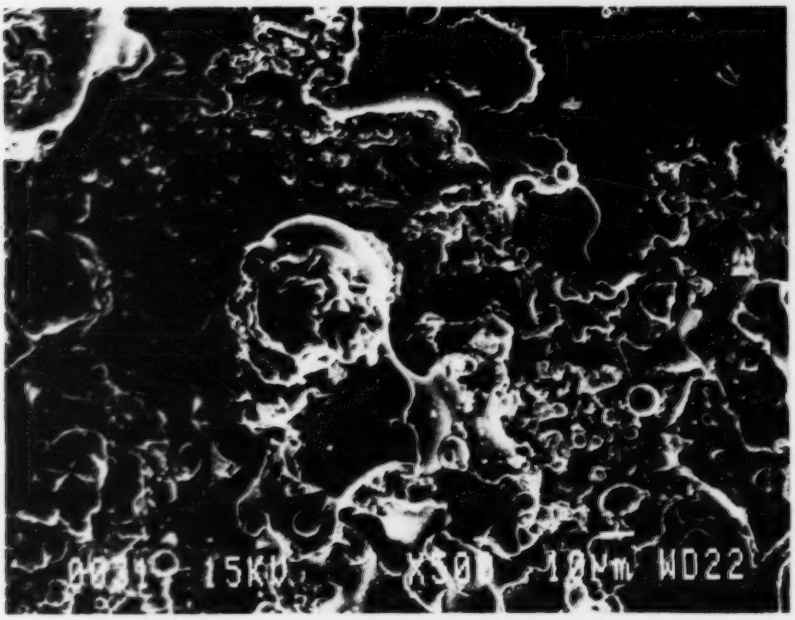


Figure 5: Aspect extérieur d'un revêtement produit sous les conditions gaz plasmagène - A_r-N_2 (20%), P = 20KW

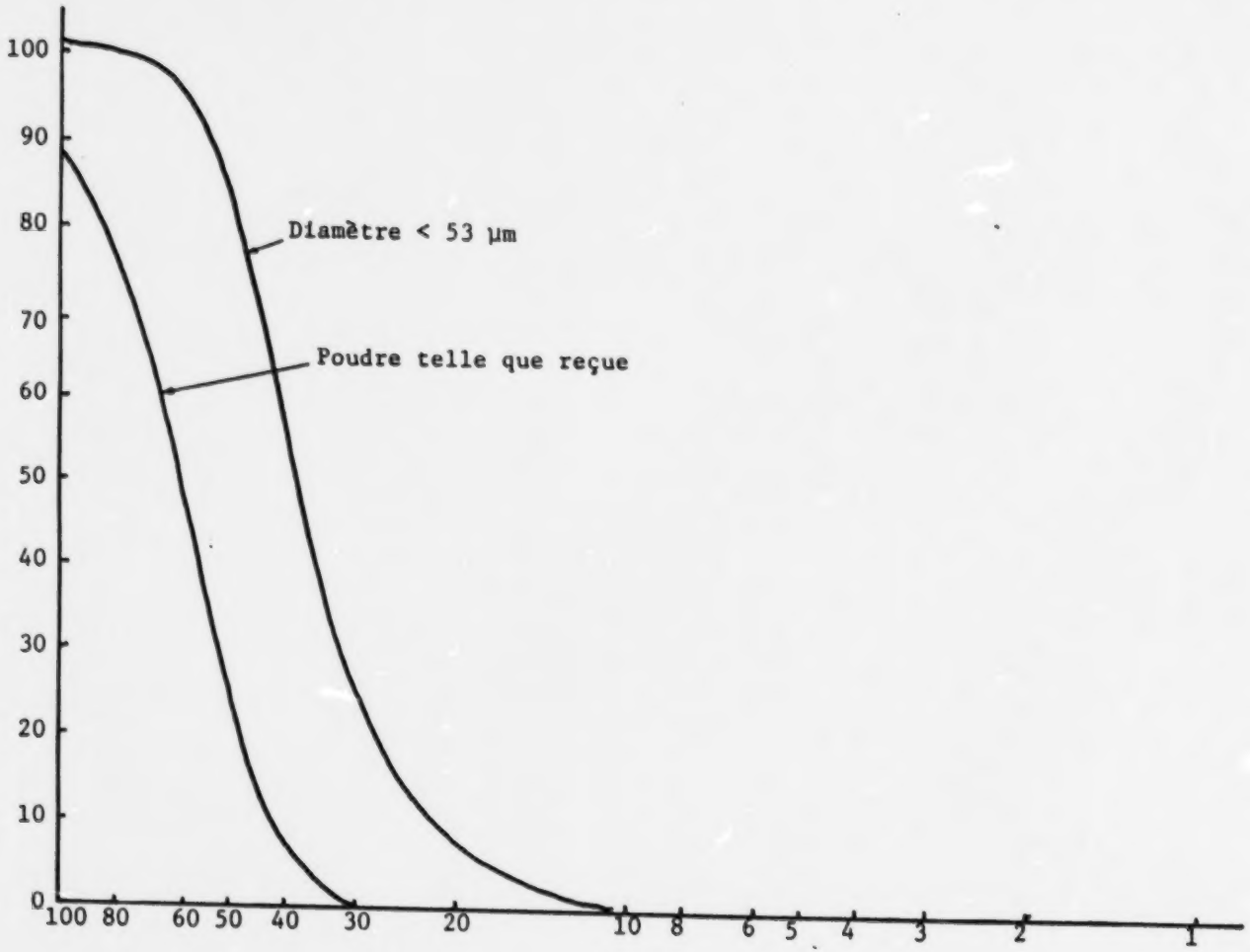


Figure 6 : Granulométrie des poudres.

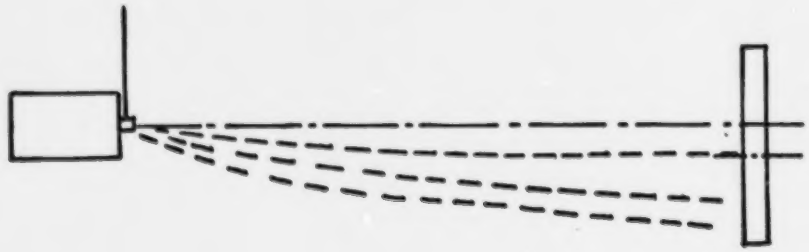


Figure 7 : Position du substrat par rapport à la torche.

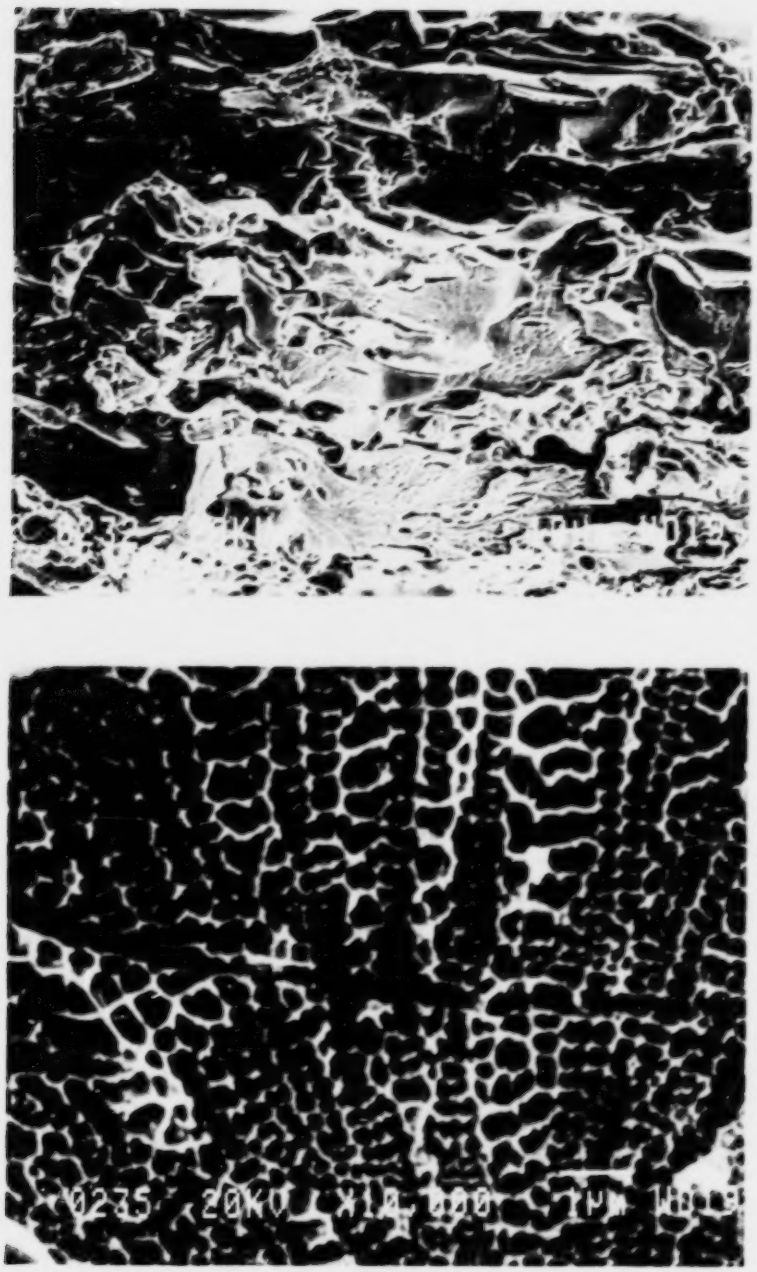


Figure 8: Coupe transversale d'un revêtement amorphe

a) vue d'ensemble
b) patron de veines.

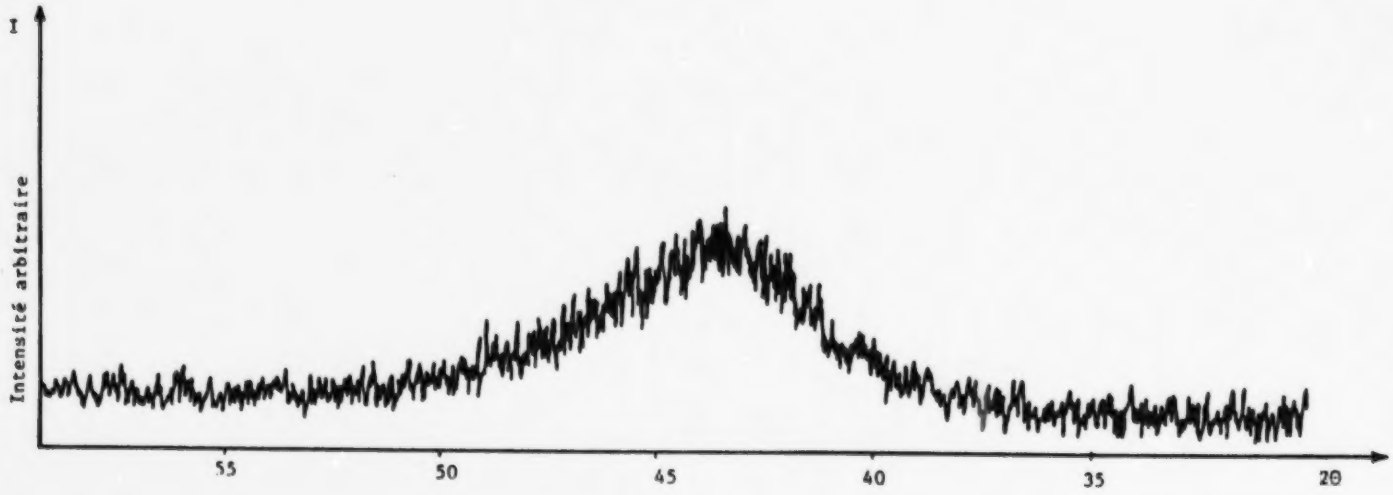


Figure 9 : Patron de diffraction aux rayons-X du revêtement amorphe

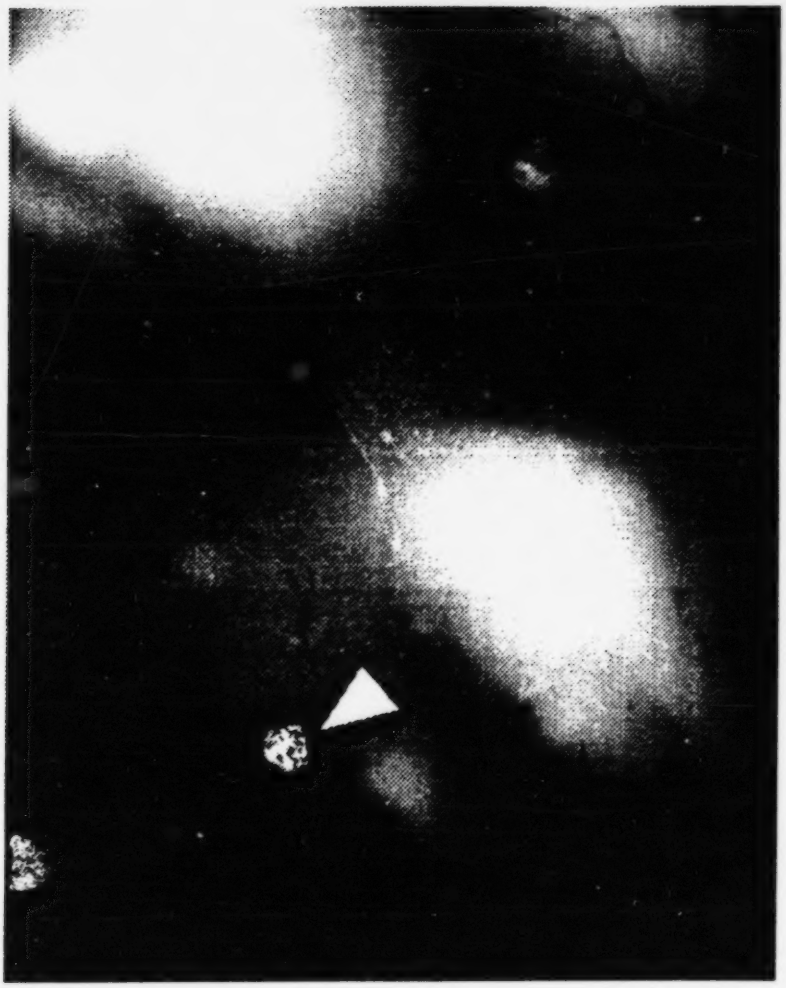


Figure 10: Image électronique "TEM". Présence de cristallites dans un revêtement amorphe.

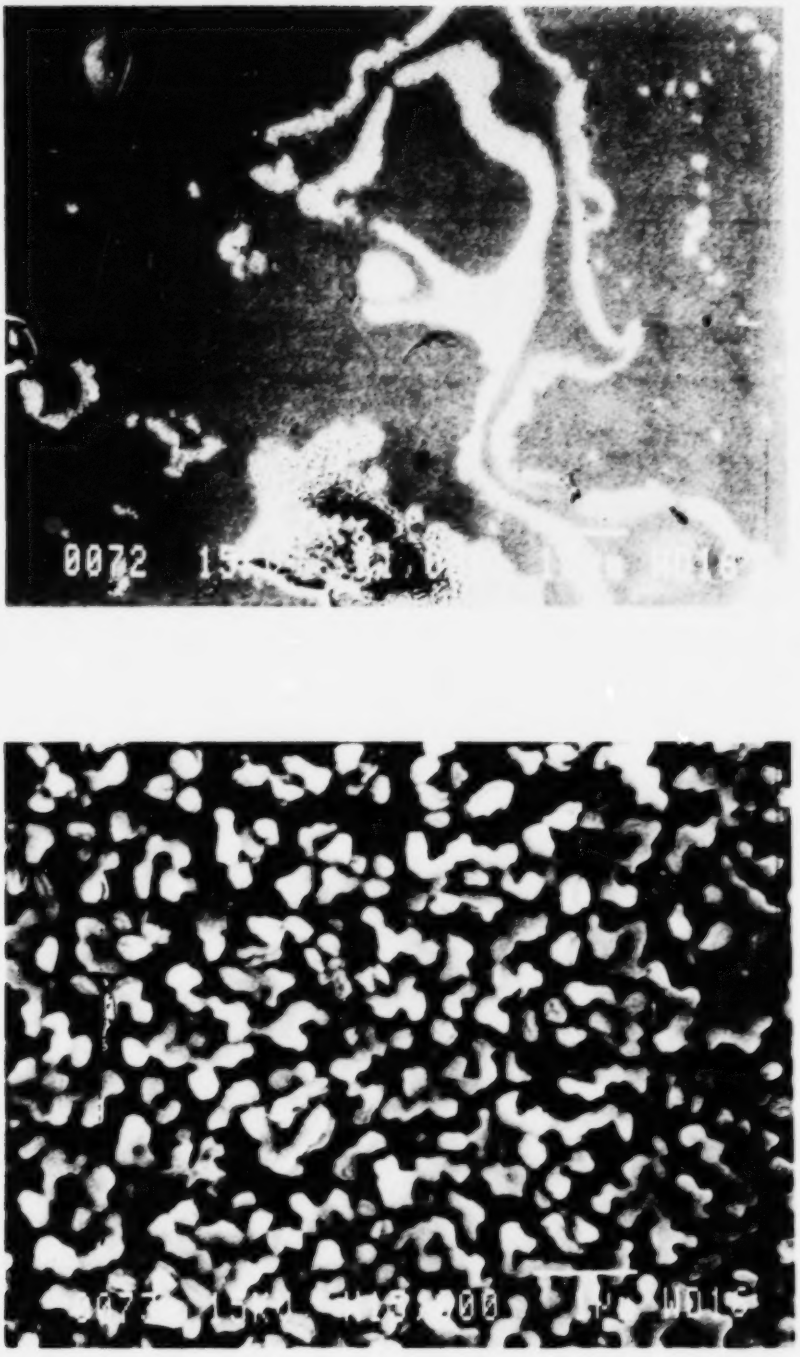
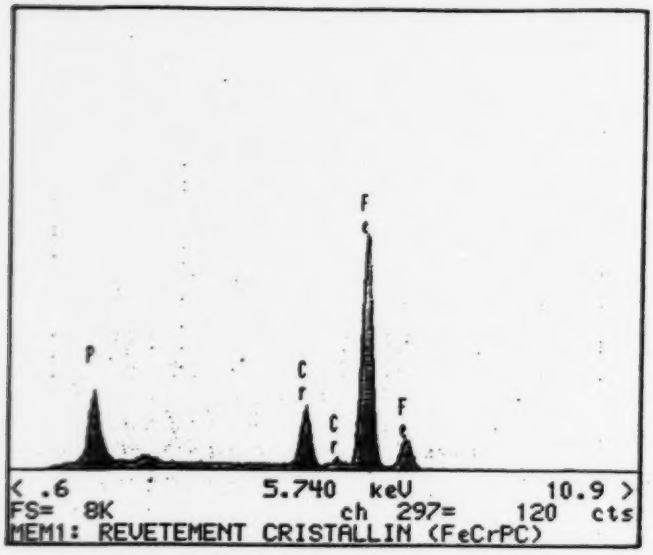
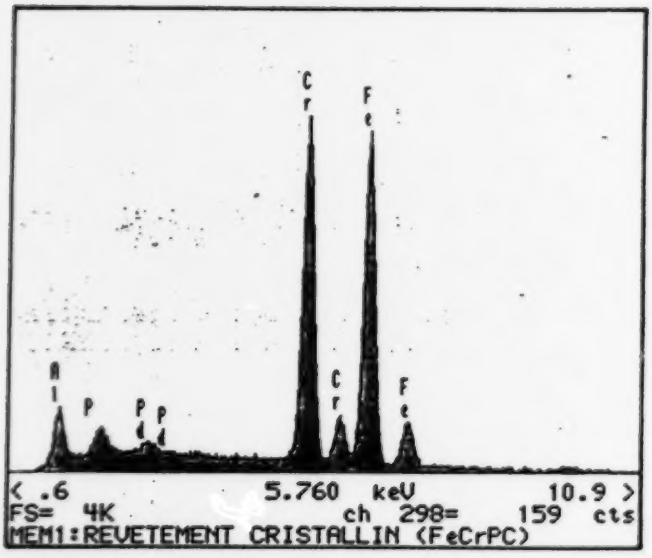


Figure 11: Coupe métallographique d'un revêtement amorphe cristallisé à 800° C durant 15 minutes.



(a)



(b)

Figure 12: Spectres "EDS" d'un revêtement amorphe cristallisé à 800° C durant 15 minutes.

a)matrice
b)seconde phase

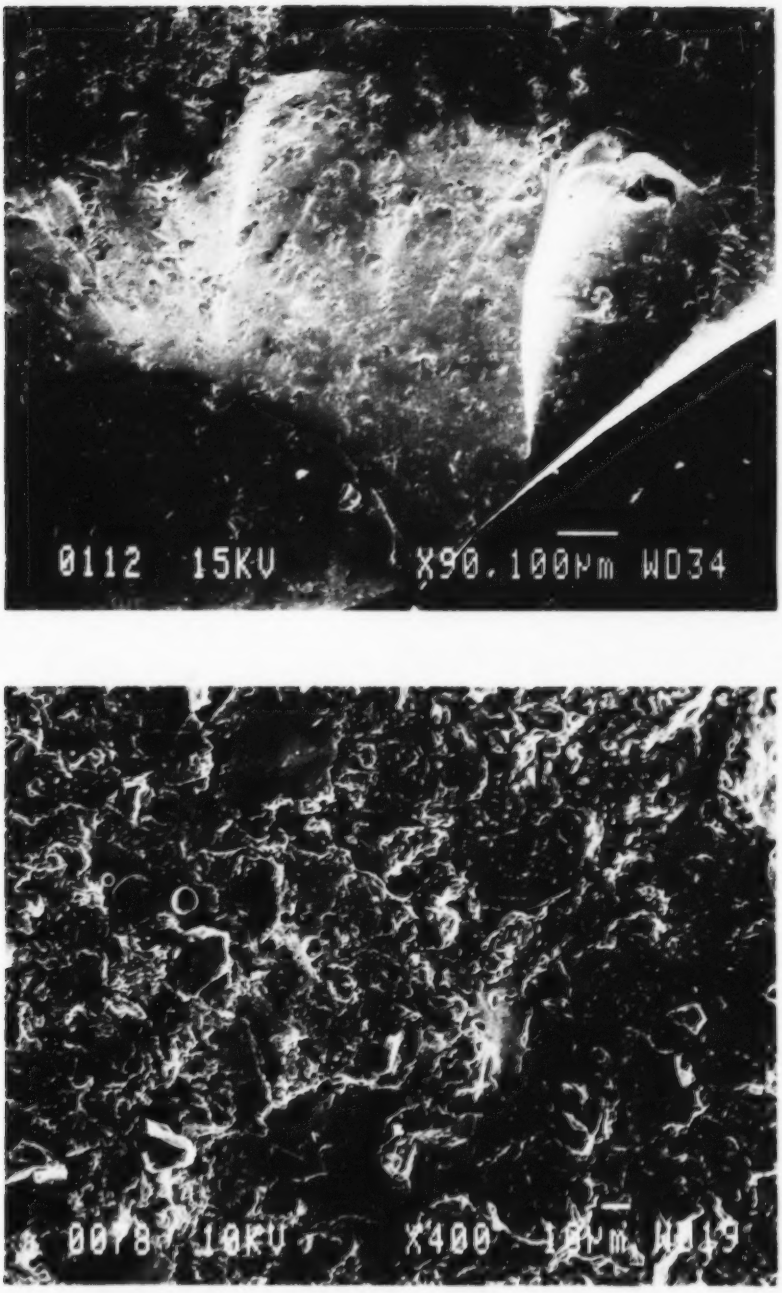
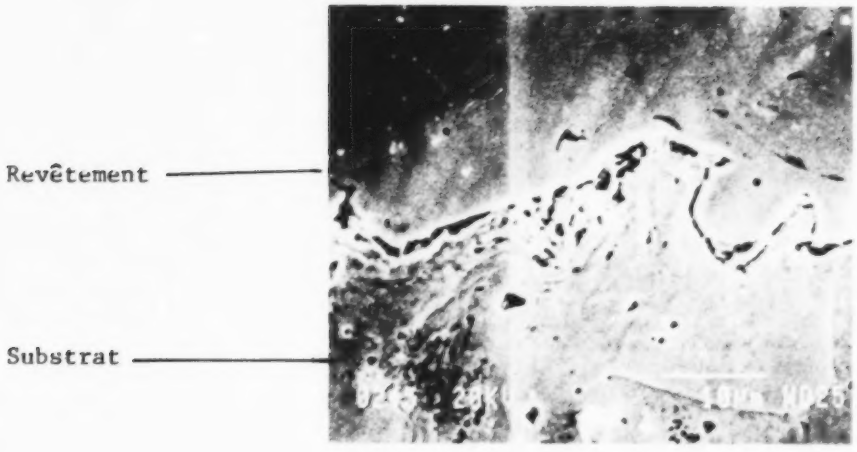
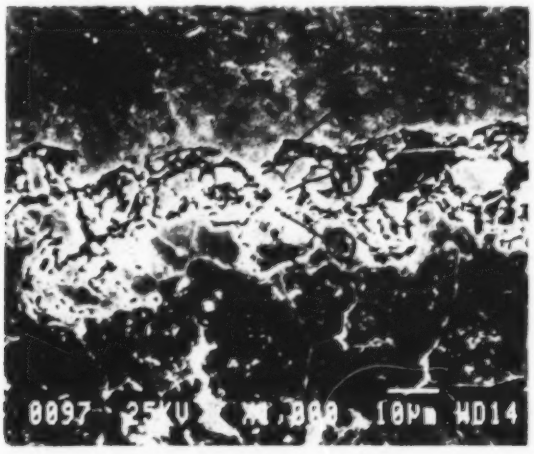


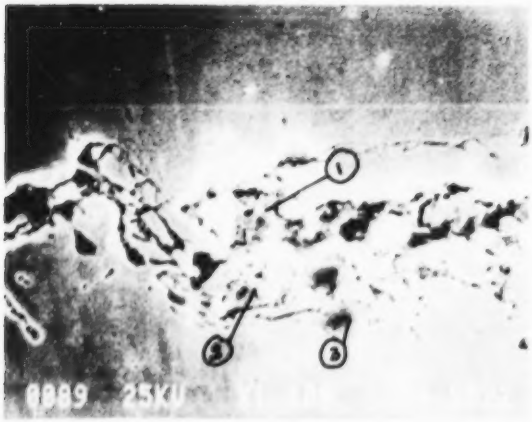
Figure 13: Rupture partielle de type cohesive d'un revêtement amorphe cristallisé à 500° C durant 1 heure.



(a)



(b)

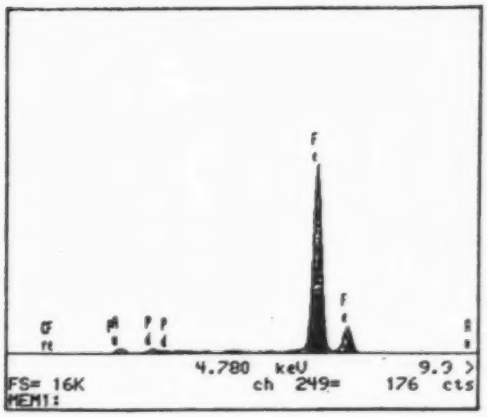


(c)

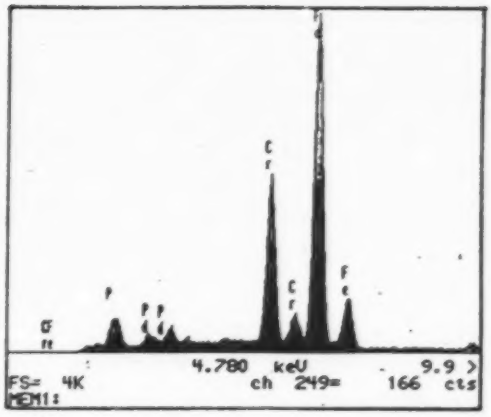
Figure 14: Interface substrat-revêtement

a) amorphe b) cristallisé à 500°C/1 heure

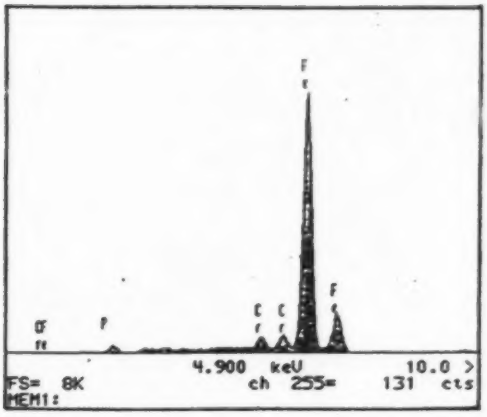
c) cristallin



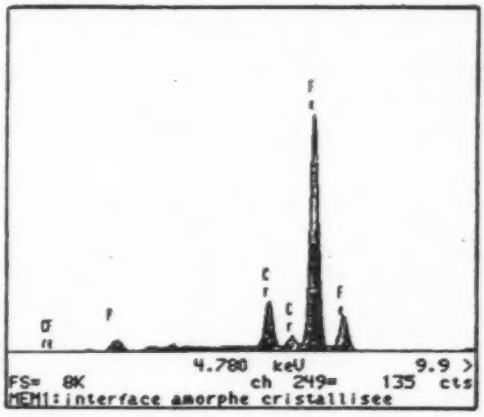
(1)



(2)

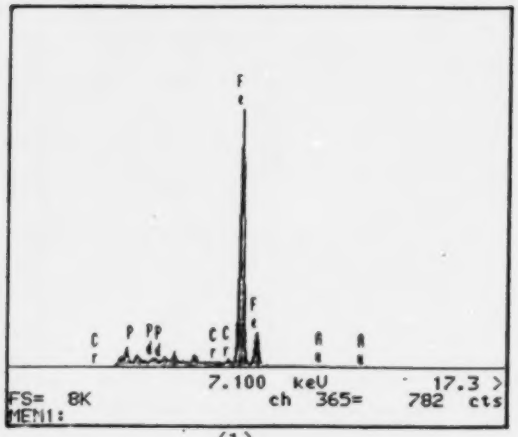


(3)

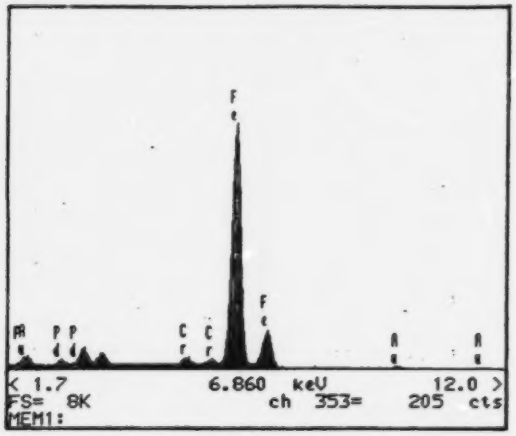


(4)

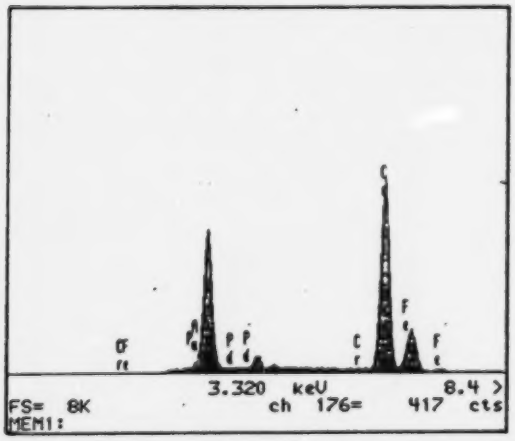
Figure 15: Spectres "EDS" de l'interface substrat-revêtement cristallisé à 500° C durant 1 heure.



(1)



(2)



(3)

Figure 16: Spectres "EDS" de l'interface substrat - revêtement cristallin.

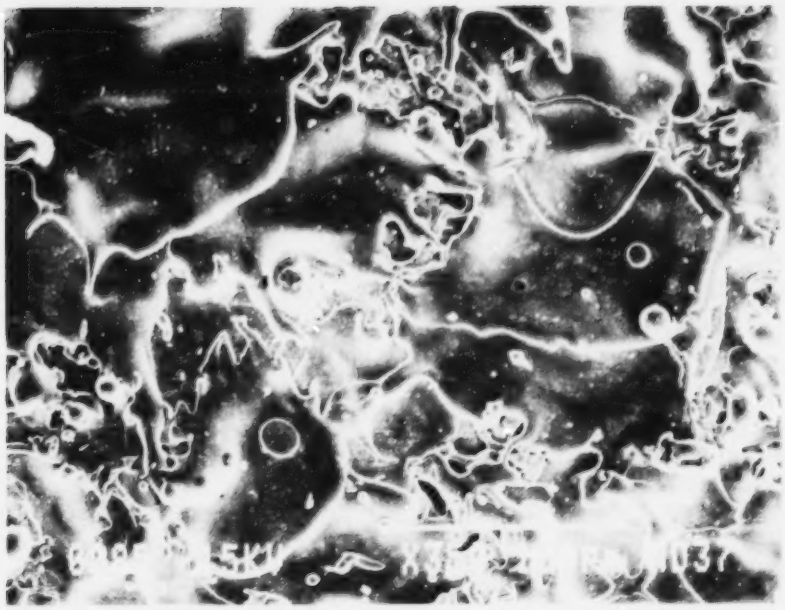


Figure 17: Aspect d'un revêtement amorphe avant l'essai de corrosion.

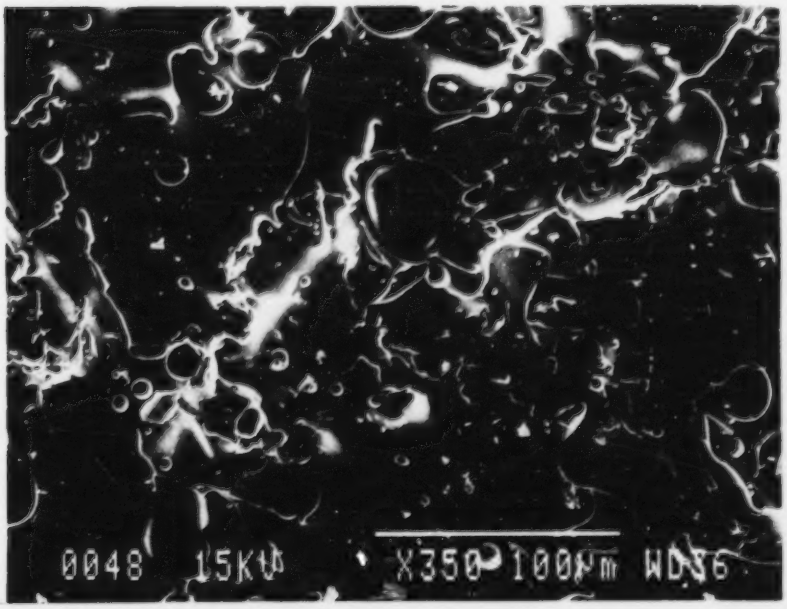


Figure 18: Aspect d'un revêtement amorphe après essai de corrosion INHCI, 34° C / 24 heures).

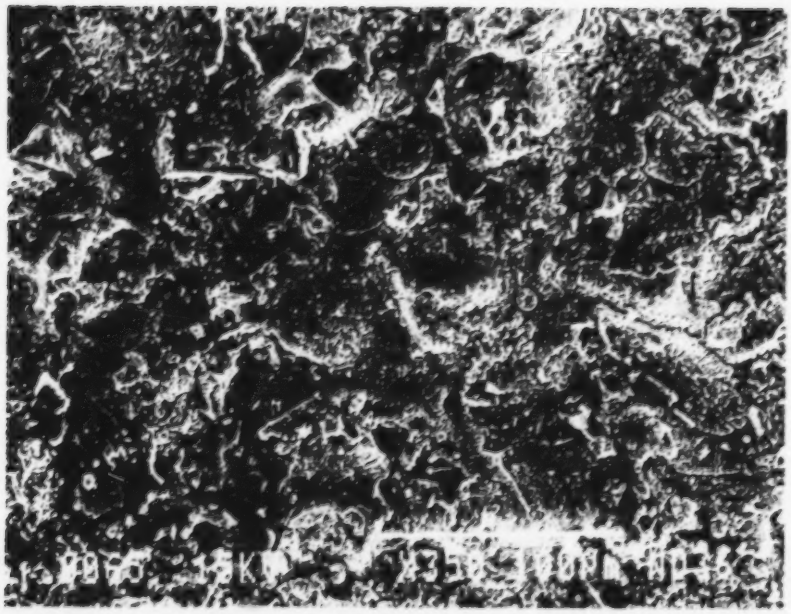


Figure 19: Revêtement amorphe cristallisé à 500° C/15 min.
après l'essai de corrosion: 1NHCl à 55° C/24 heures.

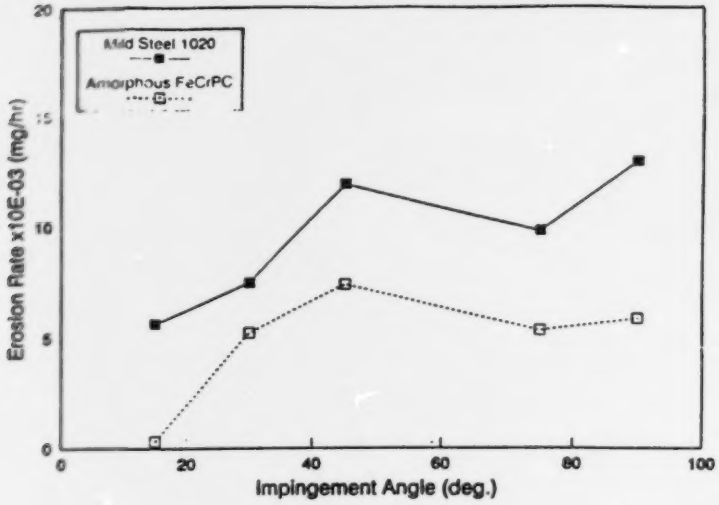


Figure 20: Taux d'usure des revêtements: effet de l'angle d'incidence.

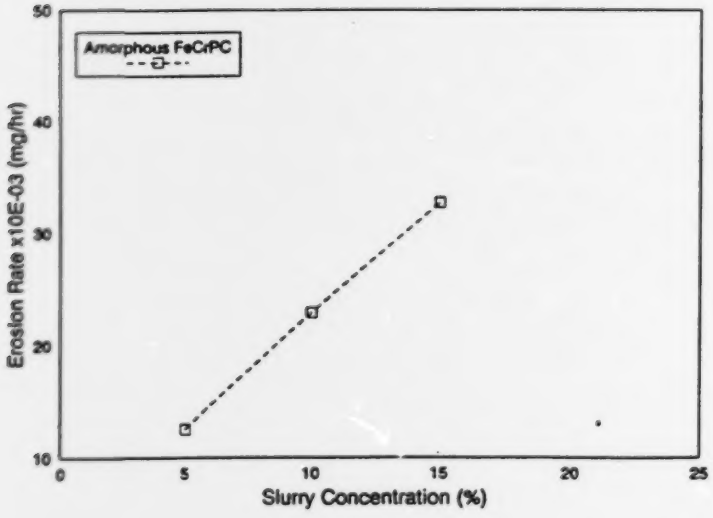


Figure 21: Taux d'usure des revêtements: effet de la concentration.

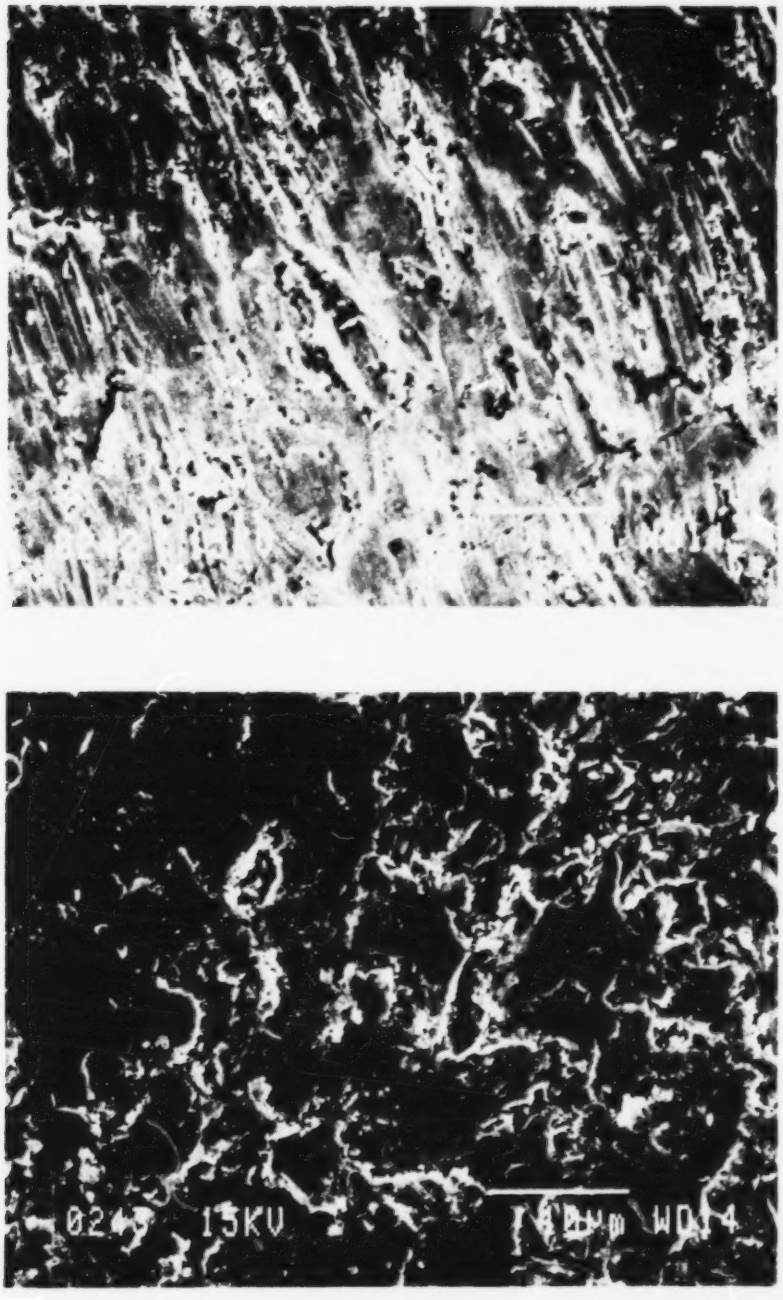


Figure 22: Aspects de la surface des revêtements après usure.

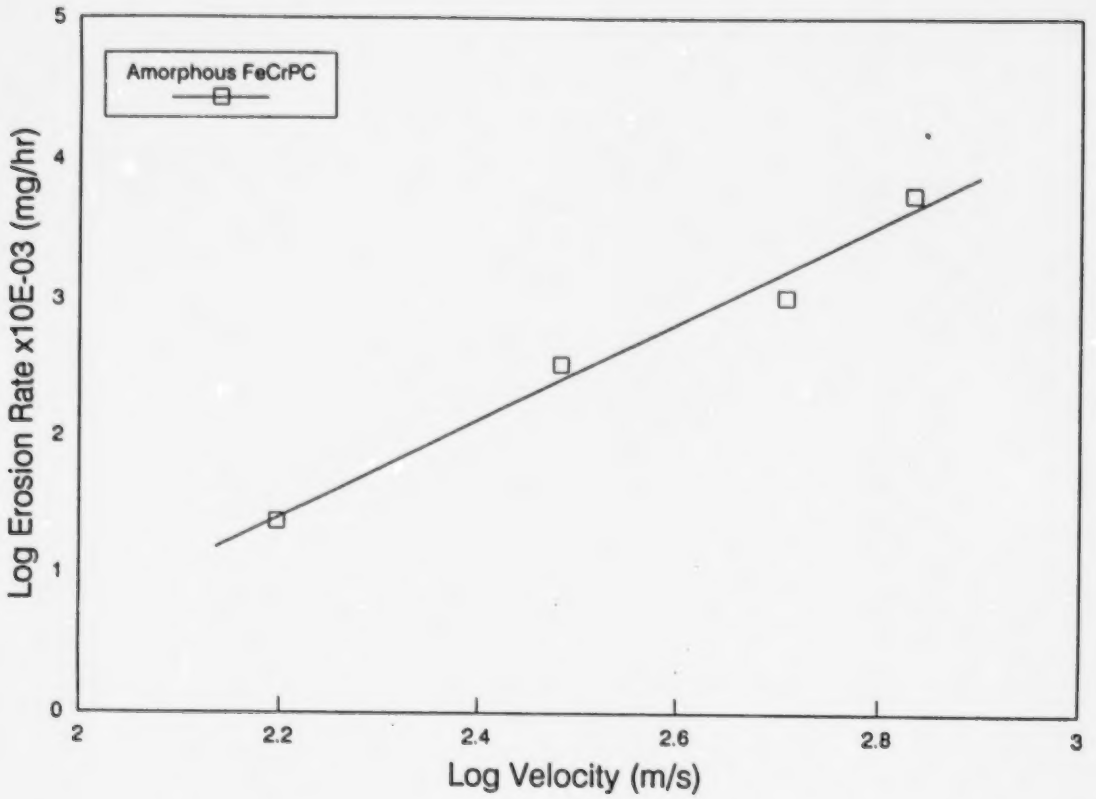
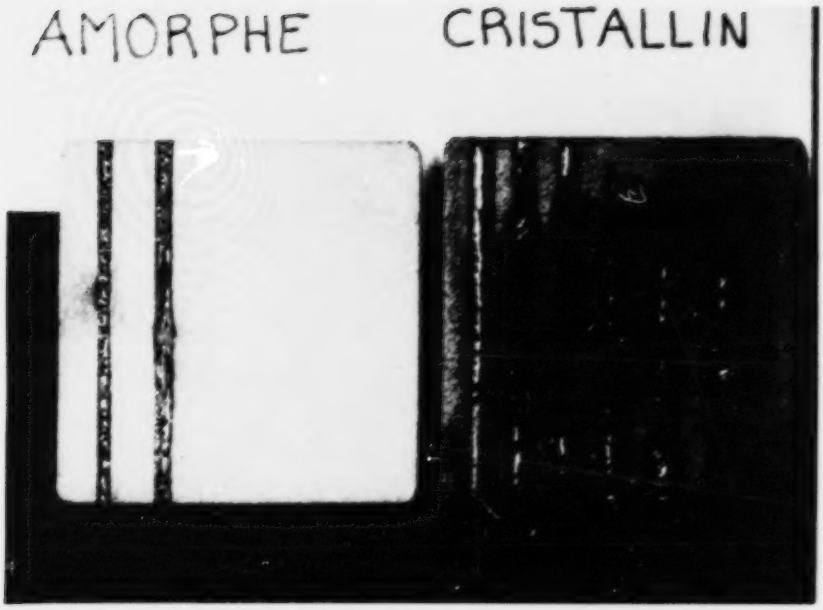


Figure 23: Taux d'usure des revêtements: effet de la vitesse



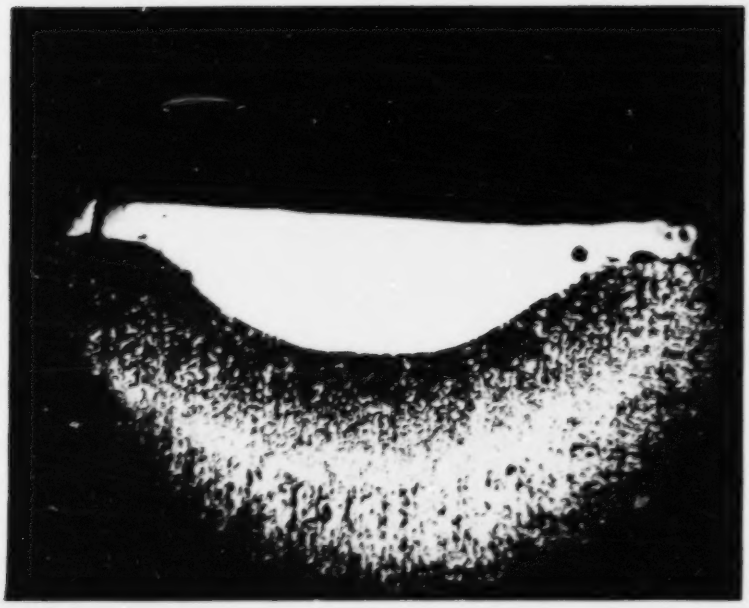


Figure 24: Traitement au laser

a) vue d'ensemble des échantillons
b) coupe métallographique du revêtement.

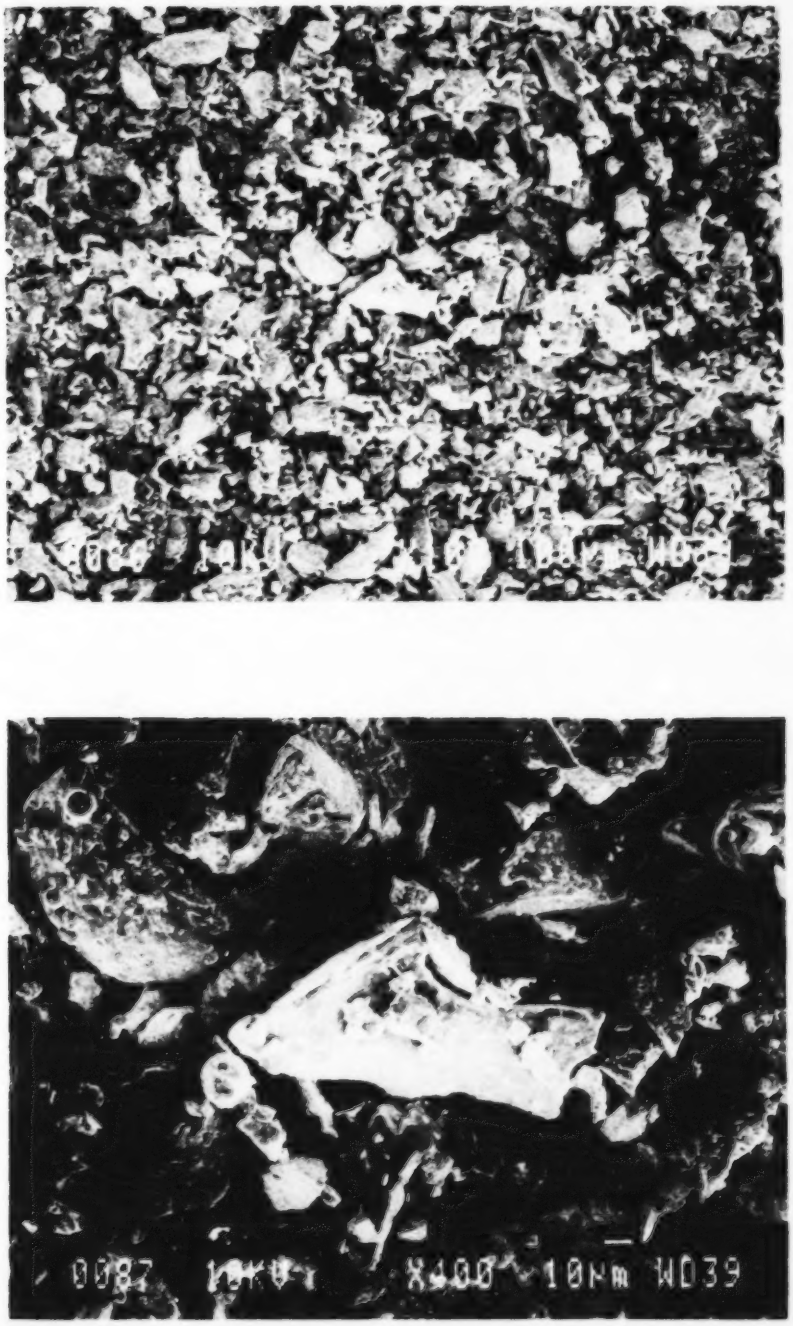


Figure 25: Résultat du traitement de la poudre dans le broyeur à boulets.